

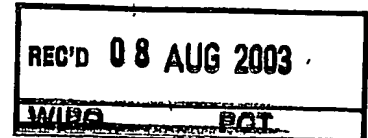
日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

18.06.03
10/518493

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年 6月20日



出願番号
Application Number: 特願2002-180584
[ST. 10/C]: [JP2002-180584]

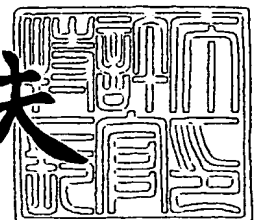
出願人
Applicant(s): 日本ゼオン株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 7月25日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 2002-013

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G01N 21/00

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目 6 番 1 号 日本ゼオン株式会社内

 【氏名】 多田 充

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目 6 番 1 号 日本ゼオン株式会社内

 【氏名】 米田 育弘

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目 6 番 1 号 日本ゼオン株式会社内

 【氏名】 神保 俊彦

【特許出願人】

 【識別番号】 000229117

 【氏名又は名称】 日本ゼオン株式会社

 【代表者】 中野 克彦

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 033684

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 脂環式構造含有重合体樹脂製容器及びそれを用いる分析方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 波長 240～400 nm の光線を用いて、測定対象物質の光学的分析を行うための脂環式構造含有重合体樹脂製の容器であって、測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a が $1\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする容器。

【請求項 2】 波長 240～400 nm の光線が透過する部分の容器の肉厚が 3 mm 以下である請求項 1 記載の容器。

【請求項 3】 前記肉厚の時の、240 nm～400 nm の波長域における吸光度が 0.4 以下である請求項 1 記載の容器。

【請求項 4】 請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項に記載の容器に測定対象物質を入れ、波長 240～400 nm の光線を用いて、測定対象物質の光学的分析を行う方法。

【請求項 5】 測定対象物質が、DNA 又は RNA を含むものである請求項 4 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、脂環式構造含有重合体樹脂製容器及びそれを用いる光学的分析方法に関し、さらに詳しくは、従来のものよりも優れた測定精度を得ることができ、かつ繰り返し使用の可能な脂環式構造含有重合体樹脂製の容器及びそれを用いる光学的分析方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

DNA や RNA の分析においては、従来石英製のセルが使用されている。石英製のセルは、高価であるため、洗浄して繰り返し使用されるが、耐衝撃性が低く落下により壊れるため取り扱いが非常に難しい。そのため、石英よりも価格が比較的安価なセルが求められている。このような観点から、ポリメタクリル酸メチル (PMMA)、ポリカーボネート (PC)、ポリスチレン (PS)、ポリエチ

レンテフタレート (PET) などの高分子材料が採用されている。これらの高分子材料製は、一般に、紫外線領域において吸収があるため、これらで作成されたセルを用いて、吸光度分析法等で、対象物質の純度などを測定しても、正確な測定値が得られなかった。加えて、ポリメタクリル酸メチル (PMMA) やポリカーボネート (PC) は、吸水性、射出成形時の加水分解性が高く、複屈折が大きい等の問題があった。さらに、例えばPMMAは280℃という比較的低い温度で解重合に基づく分解反応が起こるように熱安定性が低くいので、セル本体がモノマーを比較的多く含有する問題がある。

【0003】

特開平8-136446号公報には、環状オレフィン系樹脂から形成された分析セルが提案されている。さらに、特開2000-39420号公報には、1, 3-シクロヘキサジエン (CHD) またはCHD誘導体からなる単独重合体及びこれらと共重合可能な他の単量体との共重合体を水素添加した重合体が開示され、その重合体を射出成形して樹脂製マイクロチップを得ることが提案されている。

【0004】

また、光学分析分野では、紫外線の波長領域 (240~400 nm) で、繰り返し使用しても高い測定精度の分析を維持することができる分析用容器が求められている。特に、DNAやRNAの分析においては、繰り返し使用する場合には、DNAやRNA内に含まれている蛋白質などをアルカリで洗浄して除去している。しかしながら、上記公報で得られる容器を使用しても、繰り返し使用に耐えることができず、かつこれを用いて分析を行っても測定精度が低いという問題がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

従って、本発明の目的は、繰り返し使用しても紫外線の波長領域において優れた測定精度を得ることができる容器及びそれを用いた光学的分析方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、容器の繰り返し使用による測定精度の低下について検討をした結果、測定対象物質との接触面の表面粗さを特定の値にした脂環式構造含有重合体樹脂製容器を用いることにより、測定精度が格段に高くなり、繰り返し使用しても測定精度の低下が小さいことを見出し、かかる知見に基づき、本発明を完成するに至った。

【0007】

かくして本発明によれば、

(1) 波長 240～400 nm の光線を用いて、測定対象物質の光学的分析を行うための脂環式構造含有重合体樹脂製の容器であって、測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a が $1\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする容器、

(2) 波長 240～400 nm の光線が透過する部分の容器の肉厚が 3 mm 以下である (1) 記載の容器、

(3) 前記肉厚の時の、240 nm～400 nm の波長域における吸光度が 0.4 以下である (1) 記載の容器、

(4) 前記 (1) 乃至 (3) のいずれかに記載の容器に測定対象物質を入れ、波長 240～400 nm の光線を用いて、測定対象物質の光学的分析を行う方法、

(5) 測定対象物質が、DNA 又は RNA を含むものである (4) 記載の方法、
がそれぞれ提供される。

【0008】**【発明の実施の形態】**

本発明の容器は、波長 240～400 nm の光線を用いて、測定対象物質の光学的分析を行うための脂環式構造含有重合体樹脂製の容器であって、測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a が $1\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするものである。

【0009】

本発明の容器の測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a は、 $1\ \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.5\ \mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $0.2\ \mu\text{m}$ 以下である。容器の測定対象物質との接触面には、光学的分析を行う際に、実際に光が照射される面（光照

射面)とそれ以外の面(非光照射面)とがあるが、本発明においては、光照射面だけでなく非光照射面も前記表面粗さにすることが好ましい。容器の測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a を前記範囲とすることにより、アルカリ洗浄後の測定阻害物質(例えば、蛋白質)の吸着及び接触面の変質を防ぐことができ、繰り返し用いても精度の良い測定が可能となる。なお、容器の測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a は、レーザー干渉型表面粗さ測定器で測定する。

【0010】

本発明の容器は、波長240～400nmの光線の透過する部分の肉厚が3mm以下であることが好ましい。また下限は、容器の強度を考慮して適宜選定でき、通常50 μ mくらいである。前記肉厚が前記範囲よりも厚いと吸光度の増大や複屈折が増加し、測定精度が低下する傾向がある。

【0011】

本発明の容器は、前記肉厚の時の、240～400nmの波長域における吸光度が、好ましくは0.4以下、さらに好ましくは0.3以下である。吸光度を前記範囲とすることにより、測定精度を向上させることができる。

【0012】

本発明の容器を製造するために使用する脂環式構造含有重合体樹脂は、重合体の繰り返し単位中に脂環式構造を含有するものであり、脂環式構造は主鎖及び側鎖のいずれにあってもよい。脂環式構造としては、シクロアルカン構造、シクロアルケン構造などが挙げられるが、熱安定性等の観点からシクロアルカン構造が好ましい。脂環式構造を構成する炭素原子数は、通常4～30個、好ましくは5～20個、より好ましくは5～15個である。脂環式構造を構成する炭素原子数がこの範囲にあると、耐熱性及び柔軟性に優れた検査容器が得られる。脂環式構造を有する繰り返し単位の脂環式構造含有重合体樹脂中の割合は、使用目的に応じて適宜選択されればよいが、通常50重量%以上、好ましくは70重量%以上、より好ましくは90重量%以上である。脂環式構造を有する繰り返し単位の割合が過度に少ないと耐熱性が低下し好ましくない。なお、脂環式構造含有重合体樹脂における脂環式構造を有する繰り返し単位以外の繰り返し単位は使用目的に応じて適宜選択される。

【0013】

脂環式構造含有重合体樹脂の具体例としては、(1) ノルボルネン系重合体、(2) 単環の環状オレフィンの重合体、(3) 環状共役ジエンの重合体、(4) ビニル脂環式炭化水素重合体、及び(1)～(4)の水素添加物などが挙げられる。これらの中でも、耐熱性、機械的強度等の観点から、ノルボルネン系重合体又はその水素添加物が好ましい。

【0014】

(1) ノルボルネン系重合体

本発明の容器を製造するためのノルボルネン系重合体としては、ノルボルネン系モノマーの開環重合体、ノルボルネン系モノマーとこれと開環共重合可能なその他のモノマーとの開環共重合体、これらの水素添加物、ノルボルネン系モノマーの付加重合体、ノルボルネン系モノマーとこれと共重合可能なその他のモノマーとの付加共重合体などが挙げられる。これらの中でも、耐熱性、機械的強度等の観点から、ノルボルネン系モノマーの開環重合体水素添加物が最も好ましい。

【0015】

ノルボルネン系モノマーとしては、ビシクロ〔2. 2. 1〕-ヘプト-2-エン（慣用名：ノルボルネン）及びその誘導体（環に置換基を有するもの）、トリシクロ〔4. 3. 1², 5. 0¹, 6〕-デカ-3, 7-ジエン（慣用名ジシクロペンタジエン）及びその誘導体、テトラシクロ〔7. 4. 1¹⁰, 13. 0¹, 9. 0², 7〕-トリデカ-2, 4, 6, 11-テトラエン（1, 4-メタノ-1, 4, 4a, 9a-テトラヒドロフルオレンともいう：慣用名メタノテトラヒドロフルオレン）及びその誘導体、テトラシクロ〔4. 4. 1², 5. 1⁷, 10. 0〕-ドデカ-3-エン（慣用名：テトラシクロドデセン）及びその誘導体、などが挙げられる。

置換基としては、アルキル基、アルキレン基、ビニル基、アルコキシカルボニル基などが例示でき、上記ノルボルネン系モノマーは、これら置換基を2種以上有していてもよい。具体的には、8-メトキシカルボニル基-テトラシクロ〔4. 4. 1², 5. 1⁷, 10. 0〕-ドデカ-3-エン、8-メチル-8-メトキシカルボニル-テトラシクロ〔4. 4. 1², 5. 1⁷, 10. 0〕-ドデカ

ー 3-エンなどが挙げられる。

これらのノルボルネン系モノマーは、それぞれ単独であるいは2種以上を組み合わせて用いられる。

【0016】

これらノルボルネン系モノマーの開環重合体、またはノルボルネン系モノマーとこれと開環共重合可能なその他のモノマーとの開環共重合体は、モノマー成分を、公知の開環重合触媒の存在下で重合して得ることができる。開環重合触媒としては、例えば、ルテニウム、オスミウムなどの金属のハロゲン化物と、硝酸塩またはアセチルアセトン化合物、及び還元剤とからなる触媒、あるいは、チタン、ジルコニウム、タンゲステン、モリブデンなどの金属のハロゲン化物またはアセチルアセトン化合物と、有機アルミニウム化合物とからなる触媒を用いることができる。

ノルボルネン系モノマーと開環共重合可能なその他のモノマーとしては、例えば、シクロヘキセン、シクロヘプテン、シクロオクテンなどの単環の環状オレフィン系単量体などを挙げることができる。

【0017】

ノルボルネン系モノマーの開環重合体水素添加物は、通常、上記開環重合体の重合溶液に、ニッケル、パラジウムなどの遷移金属を含む公知の水素添加触媒を添加し、炭素-炭素不飽和結合を水素添加することにより得ることができる。

【0018】

ノルボルネン系モノマーの付加重合体、またはノルボルネン系モノマーとこれと共重合可能なその他のモノマーとの付加（共）重合体は、これらのモノマーを、公知の付加重合触媒、例えば、チタン、ジルコニウム又はバナジウム化合物と有機アルミニウム化合物とからなる触媒を用いて（共）重合させて得ることができる。

【0019】

ノルボルネン系モノマーと共重合可能なその他のモノマーとしては、例えば、エチレン、プロピレン、1-ブテン、1-ペンテン、1-ヘキセン、1-オクテン、1-デセン、1-ドデセン、1-テトラデセン、1-ヘキサデセン、1-オ

クタデセン、1-エイコセンなどの炭素数2～20の α -オレフィン、及びこれらの誘導体；シクロブテン、シクロペンテン、シクロヘキセン、シクロオクテン、3a, 5, 6, 7a-テトラヒドロ-4, 7-メタノー-1H-インデンなどのシクロオレフィン、及びこれらの誘導体；1, 4-ヘキサジエン、4-メチル-1, 4-ヘキサジエン、5-メチル-1, 4-ヘキサジエン、1, 7-オクタジエンなどの非共役ジエン；などが用いられる。これらの中でも、 α -オレフィン、特にエチレンが好ましい。

【0020】

これらの、ノルボルネン系モノマーと共重合可能なその他のモノマーは、それぞれ単独で、あるいは2種以上を組み合わせ使用することができる。ノルボルネン系モノマーとこれと共重合可能なその他のモノマーとを付加共重合する場合は、付加共重合体中のノルボルネン系モノマー由来の構造単位と共重合可能なその他のモノマー由来の構造単位との割合が、重量比で通常30：70～99：1、好ましくは50：50～97：3、より好ましくは70：30～95：5の範囲となるように適宜選択される。

【0021】

(2) 単環の環状オレフィン系重合体

単環の環状オレフィン系重合体としては、例えば、シクロヘキセン、シクロヘプテン、シクロオクテンなどの単環の環状オレフィン系単量体の付加重合体を用いることができる。

【0022】

(3) 環状共役ジエン系重合体

環状共役ジエン系重合体としては、例えば、シクロペンタジエン、シクロヘキサジエンなどの環状共役ジエン系単量体を1, 2-または1, 4-付加重合した重合体及びその水素化物などを用いることができる。

【0023】

本発明の容器を製造するためのノルボルネン系重合体、単環の環状オレフィン系重合体又は環状共役ジエン系重合体の分子量は、使用目的に応じて適宜選択されるが、シクロヘキサン溶液（重合体樹脂が溶解しない場合はトルエン溶液）の

ゲル・パーミエーション・クロマトグラフィーで測定したポリイソプレンまたはポリスチレン換算の重量平均分子量で、通常 5,000～500,000、好ましくは 8,000～200,000、より好ましくは 10,000～100,000 の範囲であるときに、容器の機械的強度、及び成形加工性が高度にバランスされて好適である。

【0024】

(4) ビニル脂環式炭化水素重合体

ビニル脂環式炭化水素重合体としては、例えば、ビニルシクロヘキセン、ビニルシクロヘキサンなどのビニル脂環式炭化水素系単量体の重合体及びその水素化物；スチレン、 α -メチルスチレンなどのビニル芳香族系単量体の重合体の芳香環部分の水素化物；などが挙げられ、ビニル脂環式炭化水素重合体やビニル芳香族系単量体と、これらの単量体と共重合可能な他の単量体とのランダム共重合体、ブロック共重合体などの共重合体及びその水素添加物など、いずれでもよい。ブロック共重合体としては、ジブロック、トリブロック、またはそれ以上のマルチブロックや傾斜ブロック共重合体などが挙げられ、特に制限はない。

【0025】

本発明の容器を製造するために使用するビニル脂環式炭化水素重合体の分子量は、使用目的に応じて適宜選択されるが、シクロヘキサン溶液（重合体樹脂が溶解しない場合はトルエン溶液）のゲル・パーミエーション・クロマトグラフ法で測定したポリイソプレンまたはポリスチレン換算の重量平均分子量で、通常 10,000～300,000、好ましくは 15,000～250,000、より好ましくは 20,000～200,000 の範囲であるときに、容器の機械的強度及び成形加工性が高度にバランスされて好適である。

【0026】

本発明の容器を製造するために使用する脂環式構造含有重合体樹脂のガラス転移温度（ T_g ）は、使用目的に応じて適宜選択されればよいが、好ましくは 50℃以上、より好ましくは 60℃～170℃の範囲である。ガラス転移温度が低いと高温下で変形しやすく、高いと加工性が低下したり、耐衝撃性が低下する傾向がある。

【0027】

本発明の容器を製造するために使用する脂環式構造含有重合体樹脂中の残留金属量は、100ppm以下が好ましい。残留金属量が多いと、吸光度が増大したり、加工時の劣化が促進したりする傾向がある。

【0028】

本発明の容器は、前記脂環構造含有重合体樹脂又は、所望により添加剤を配合した樹脂組成物を配合してペレット状にし、そのペレットを成形機に供給した後、所望の形状に成形して得ることができる。成形方法としては、押出成形、射出成形、射出圧縮成形、射出ブロー成形、ダイレクトブロー成形、圧縮成形、プレス成形、真空成形などの加熱溶融成形が挙げられるが、特に限定されない。また、本発明の容器を成形するときは、一体成形でもよいし、二色成形でもよい。

【0029】

添加剤としては、容器の特性を達成させる上で支障のない限り、公知の酸化防止剤、例えば、フェノール系酸化防止剤、リン系酸化防止剤、イオウ系酸化防止剤などを添加しても良い。これらの中でもフェノール系酸化防止剤、特にアルキル置換フェノール系酸化防止剤が好ましい。これらの酸化防止剤は、それぞれ単独で、あるいは2種以上を組み合わせる用いることができ、その配合量は、本発明の目的を損なわない範囲で適宜選択されるが、脂環式構造含有重合体樹脂100重量部に対して通常3重量部以下、好ましくは1重量部以下である。

【0030】

上記成形方法で本発明の容器を成形する際、例えば、射出成形やブロー成形する場合、脂環式構造含有重合体樹脂を成形機内のホッパーに入れ、その後、該樹脂をシリンダー内で加熱溶融し、それを、射出金型及び／又はブロー金型のキャビティ内に充填して成形する。このときのシリンダー内の加工温度の最高値を、（加工温度の最高値－樹脂の酸化開始温度）が120℃以下になるように設定することが好ましい。前記加工温度の最高値を前記範囲となるように設定することにより、樹脂加工時の変色などの劣化を防ぐことができる。

【0031】

また、本発明の容器を成形する際に、樹脂を加工するための成形機のホッパー

内に窒素などの不活性なガスを流通させておくと、得られる容器の波長 240～400 nm における吸光度を向上することができるので好ましい。

【0032】

本発明の容器の形状は、上記要件を満たすものであれば特に限定されない。例えば、セル、マルチウェルプレート、細口瓶、広口瓶、又はこれらを組み合わせたものなどが挙げられる。セルやマルチウェルプレートの形状は、円柱状や角柱状のものなど挙げられるがこれに限定されない。

【0033】

本発明の容器は、特に波長 240～400 nm に吸収を持つ DNA や RNA などの核酸の濃度や純度などを測定するための容器として好適である。

【0034】

本発明の分析方法は、本発明の容器に測定対象物質を入れ、波長 240～400 nm の光線を用いて、測定対象物質の光学的分析を行うものである。ここで、光学的分析とは、本発明の容器に測定対象物質を入れて、波長 240～400 nm の光線を用いて得られる光学的特性（例えば吸光度や透過率など）を用いて、測定対象物質の濃度や純度などの測定対象物質の特性を求めることをいう。

【0035】

分析方法は、特に制限されないが、例えば吸光度を測定する場合は、前記容器に測定対象物質を入れ、その容器を紫外可視分光光度計にセットして、容器の光照射面の一方に波長 240～400 nm の光線を照射する。そして、容器の他の面より透過される光の強度を測定して、その光の強度から測定対象物質の吸光度を算出する。

本発明の分析方法に適用できる測定対象物質としては、波長 240～400 nm の光線領域に吸収をもつものであれば、特に限定されないが、DNA や RNA などの核酸を含むものが特に好適である。ここで測定対象物質は、通常は水溶液などの溶液状態のものである。

【0036】

本発明の分析方法について、DNA の純度及び濃度測定方法を例にとって説明する。まず、本発明の容器に測定対象物質として、DNA を含む希釈溶液を入れ

る。このときの希釈倍率は特に限定されない。そして、DNAを含む希釈溶液を入れた容器を紫外可視分光光度計にセットし、波長 260 nm 及び 280 nm の光線を該容器の光線照射面の一方に照射する。そしてそこから透過される光の強度を測定し、その強度から波長 260 nm 及び 280 nm での吸光度を測定する（このときの吸光度を $\lambda_1(260)$ 、 $\lambda_1(280)$ とする）。また、容器の DNA を含む希釈溶液を入れない状態での前記波長での吸光度を測定しておく（このときの吸光度を $\lambda_0(260)$ 、 $\lambda_0(280)$ とする）。そして以下の式から DNA の純度及び濃度を算出する。

$$\text{DNA の純度 (一)} = \{ \lambda_1(260) - \lambda_0(260) \} / \{ \lambda_1(280) - \lambda_0(280) \}$$

$$\text{DNA の濃度 (} \mu\text{g/ml)} = \{ \lambda_1(260) - \lambda_0(260) \} \times \text{サンプル量 (} \mu\text{g/ml)} \times \text{希釈倍率 (倍)}$$

【0037】

【実施例】

以下に、実施例及び比較例を挙げて、本発明についてより具体的に説明する。これらの例中の部及び％は、特に断わりのない限り重量基準である。ただし本発明は、これらの実施例のみに限定されるものではない。

【0038】

各種の物性の測定は、下記の方法に従って行う。

(1) 分子量

テトラヒドロフラン (THF) を溶媒にしてゲルパーミエーションクロマトグラフィー (GPC) で測定し、標準ポリスチレン換算の重量平均分子量 (M_w) を求める。

(2) ガラス転移温度 (T_g)

JIS K7121 に基づいて示差走査熱量分析法 (DSC) を用いて測定する。

(3) 水素添加率

重合体の主鎖及び芳香環の水素添加率は、 $^1\text{H-NMR}$ を測定し算出する。

【0039】

(4) 容器（光照射面及び非光照射面）の表面粗さ R_a

レーザー干渉型表面粗さ測定機（製品名：サーフコム 3000A、東京精密社製）を用いて測定する。

(5) 容器の吸光度

紫外可視分光光度計（商品名「V-570」；日本分光社製）を用いて、400 nm、340 nm、300 nm、280 nm、260 nm、及び240 nm の容器の吸光度を測定する。

【0040】

(6) 容器の蛋白質の吸着量

容器の蛋白質の吸着量は、以下の要領で行う。

洗浄液：ハイアルカリ（日立計測器社製）を7倍に希釈したもの。

試験液：アルブミン牛血清（和光純薬社製）1 mg/ml 水溶液。

染色液：フェノール試薬。

①容器に洗浄液を満たし、室温で30日間放置する。放置後、洗浄液を排出し、蒸留水で3回洗浄する。

②洗浄した容器に試験液0.4 ml を入れ、室温で24時間放置する。放置後、試験液を排出し、蒸留水で1回洗浄する。そして、風乾後、染色液0.5 ml を容器にいれて染色させ、該容器の吸光度（波長595 nm）を測定して、蛋白質の吸着量を算出する。

【0041】

(7) 容器のアルカリ洗浄前後における吸光度変化量の測定

容器のアルカリ洗浄前後における吸光度は、以下の要領で行う。

洗浄液：ハイアルカリ（日立計測器社製）を7倍に希釈したもの。

①容器の波長260 nmにおける吸光度を測定する。

②吸光度測定後、容器に洗浄液を満たし、室温で30日間放置する。放置後、洗浄液を排出し、蒸留水で3回洗浄する。

③洗浄した容器を風乾後、波長260 nmにおける吸光度を測定する。

【0042】

（実施例1）

ジシクロペタジエン由来の開環繰り返し構造単位 70 重量%とノルボルネンの開環繰り返し構造単位 30 重量%からなるノルボルネン系開環共重合体水素添加物（ポリスチレン換算の重量平均分子量 44,000、ガラス転移温度 70℃、水素添加率 99.8%、酸化開始温度 183℃）を、55℃で4時間乾燥した後に、スクリー径 50 ミリφ、圧縮比 2.5、L/D=30、ハンガーマニホールドタイプの T ダイを有する押出成形機を用い、ダイリップを 0.5 mm、樹脂温度 200℃、T ダイ温度 220℃、キャストロール温度 80℃、冷却ロール温度 50℃の条件で、100 ミクロン厚のフィルムを作製した（ここで得たフィルムをフィルム 1 とする）。なお、成形時には窒素をホッパー下部よりホッパー内部へ導入した。フィルムを作製する際には、T ダイに通す前に、溶融樹脂を 40/80/120 メッシュに通した。フィルムをキャストロールに密着させる際には、エアーナイフを用いた。

【0043】

得られたフィルム 1 は無色透明で、ボイドやフィッシュアイなどの欠陥、カール、ねじれ、波うちなどの外形不良は無く、外観は良好であった。このフィルムの表面粗さ R_a は $0.06 \mu\text{m}$ であった。

次に、フィルム 1 を作製するときに用いたノルボルネン系開環共重合体水素添加物を、55℃で4時間乾燥した後に、金型固定側に上記で得たフィルム 1 を取り付け、二色成形で 96 ウェル（ウェルの形状は四角柱）を持つ肉厚 $100 \mu\text{m}$ のマルチウェルプレートを得た。このとき金型温度を 60℃、加工温度を 230℃とした。なお、成形時には窒素を、ホッパー下部よりホッパー内部へ導入した。

得られたマルチウェルプレートの、測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a は、光線照射面（本実施例では底面部）で $0.06 \mu\text{m}$ 、非光線照射面（本実施例では側面部）で $0.03 \mu\text{m}$ であった。このマルチウェルプレートの吸光度、蛋白質吸着量の測定、及び吸光度変化量の測定を行った。その結果を表 1 から表 3 に示す。

【0044】

（実施例 2）

ノルボルネン由来の繰り返し構造単位 65 重量%とエチレン由来の繰り返し構造単位 35 重量%からなるノルボルネン系ランダム付加共重合体（ポリスチレン換算で重量平均分子量 82,000）、ガラス転移温度 80℃、酸化開始温度 190℃）を、乾燥せずに、スクリュー径 50 ミリ ϕ 、圧縮比 2.5、 $L/D=30$ 、ハンガーマニホールドタイプの T ダイを有するベント型押出成形機を用い、ダイリップを 0.5 mm、樹脂温度 200℃、T ダイ温度 220℃、キャスastroロール 80℃、冷却ロール 50℃の条件で 100 ミクロン厚のフィルムを作製した（ここで得たフィルムをフィルム 2 とする）。ベントからはロータリーポンプで 5×10^{-2} Pa に減圧した。なお、成形時には窒素を、ホッパー下部よりホッパー内へ導入した。フィルムを作製する際には、T ダイに通す前に、溶融樹脂を 40/80/120 メッシュに通した。フィルムをキャストロールに密着させる際には、エアナイフを用いた。得られたフィルムは無色透明で、ボイドやフィッシュアイなどの欠陥、カール、ねじれ、波うちなどの外形不良は無く、外観は良好であった。このフィルムの表面粗さ R_a は 0.12 μm であった。

【0045】

次にノルボルネン由来の繰り返し構造単位 65 重量%とエチレン由来の繰り返し構造単位 35 重量%からなる付加共重合体（重量平均分子量 82,000（ポリスチレン換算）、ガラス転移温度 80℃、酸化開始温度 190℃）を、65℃で 4 時間乾燥後に、金型固定側に上記で得たフィルム 2 を取り付け、二色成形で 96 ウエルを持つ肉厚 100 μm のマルチウエルプレートを得た。このときの金型温度を 70℃、成形温度を 220℃とした。なお、成形時には窒素を、ホッパー下部よりホッパー内部へ導入した。得られたマルチウエルプレートの、測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a は、光線照射面（本実施例では底面部）で 0.12 μm 、非光線照射面（本実施例では側面部）で 0.08 μm であった。このマルチプレートの吸光度、蛋白質吸着量の測定、及び吸光度変化量の測定を行った。その結果を表 1 から表 3 に示す。

【0046】

（比較例 1）

ポリカーボネート樹脂（帝人化成製 パンライト AD5503）を、110℃

で4時間乾燥した後に、スクリー径50ミリφ、圧縮比2.5、 $L/D=30$ 、ハンガーマニホールドタイプのTダイを有する押出成形機を用い、ダイリップを0.5mmに設定し、樹脂温度240℃、Tダイ温度260℃、キャルトロール145℃、冷却ロール80℃の条件で100ミクロン厚のフィルムを作製した（ここで得られたフィルムをフィルム3とする）。フィルムを作製する際には、Tダイに通す前に、熔融樹脂を40/80/120メッシュに通した。フィルムをキャストロールに密着させる際には、エアークナイフを用いた。得られたフィルム3は無色透明で、ボイドやフィッシュアイなどの欠陥、カール、ねじれ、波うちなどの外形不良は無く、外観は良好であった。このフィルムの表面粗さ R_a は0.07 μm であった。

【0047】

次に、ポリカーボネート樹脂（帝人化成社製 製品名「パンライトAD5503」）を、110℃で4時間乾燥した後に、金型固定側に上記で得たフィルム3を取り付け、二色成形で96ウェルを持つ肉厚100 μm のマルチウェルプレートを得た。金型温度は110℃、加工温度は280℃とした。得られたマルチウェルプレートの測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a は、光線照射面（本実施例では底面部）で0.07 μm 、非光線照射面（本実施例では側面部）で0.05 μm であった。このマルチウェルプレートの吸光度、蛋白質吸着量の測定、及び吸光度変化量の測定を行った。その結果を表1から表3に示す。

【0048】

（比較例2）

金型の表面粗さを変えた他は、比較例1と同様にしてマルチウェルプレートを得た。得られたマルチウェルプレートの、測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a は光線照射面（本実施例では底面部）で0.07 μm 、非光線照射面（本実施例では側面部）で1.53 μm であった。このマルチウェルプレートの吸光度、蛋白質吸着量の測定、及び吸光度変化量の測定を行った。その結果を表1から表3に示す。

【0049】

（実施例3）

実施例 1 で作製した 96 ウェルのマルチウェルプレートを用いて DNA の定量と純度測定を行った。ラット肝臓から抽出し精製した DNA 水溶液 $2 \mu\text{l}$ を TE (10 mM Tris-HCl 中に 1 mM の EDTA を含む) $98 \mu\text{l}$ で希釈し、紫外可視分光光度計で 260 nm 及び 280 nm における吸光度を測定した。260 nm における吸光度は 0.572、280 nm における吸光度は 0.325 であった。ブランク時の測定値はそれぞれ 260 nm において 0.072、280 nm において 0.051 であることから、

$$\text{DNA 純度 (-)} = (0.572 - 0.072) / (0.325 - 0.051) = 1.824$$

$$\begin{aligned} \text{DNA 濃度 } (\mu\text{g/ml}) &= 260 \text{ nm 吸光度 } (0.50) \times 50 (\mu\text{g/ml}) \\ &\times \text{希釈倍率 } (50 \text{ 倍}) = 1250 (\mu\text{g/ml}) \end{aligned}$$

となった。

【0050】

【表 1】

	表面粗さ Ra [μm]		吸光度[-]					
	光線照射面	非光線照射面	400nm	340nm	300nm	280nm	260nm	240nm
実施例 1	0.06	0.03	0.04	0.04	0.05	0.05	0.07	0.08
実施例 2	0.12	0.08	0.04	0.04	0.05	0.06	0.08	0.10
比較例 1	0.07	0.05	0.07	0.17	0.45	0.72	1.06	1.54
比較例 2	0.07	1.53	0.07	0.17	0.45	0.72	1.06	1.55

【0051】

【表 2】

	蛋白質吸着量 [$\mu\text{g/ml}$]	
	アルカリ洗浄前	アルカリ洗浄後
実施例 1	1.0	1.2
実施例 2	1.3	2.0
比較例 1	2.0	2.6
比較例 2	3.7	14.0

【0052】

【表 3】

	アルカリ洗浄前後における吸光度の変化(波長260nm)			
	1		2	
	洗浄前	洗浄後	洗浄前	洗浄後
実施例 1	0.07	0.07	0.07	0.07
実施例 2	0.08	0.08	0.08	0.08
比較例 1	1.06	1.08	1.07	1.10
比較例 2	1.06	1.15	1.07	1.20

【0053】

以上、表1から表3に記載の評価結果より、240nm～400nmの吸光度が小さく、さらに測定対象物質との接触面の表面粗さも小さい本発明の容器を用いた場合には、アルカリ洗浄後の測定阻害物質（例えば、蛋白質）の吸着が少なく、さらにアルカリ洗浄前後で吸光度の変化がほとんどない。

一方、240nm～400nmの吸光度が小さく、さらに測定対象物質との接触面の表面粗さも小さい容器を用いた比較例においては、アルカリ洗浄後の測定阻害物質（例えば、蛋白質）の吸着が多く、さらにアルカリ洗浄後で吸光度が大きくなっている。

【0054】

【発明の効果】

本発明の容器は、紫外線の波長領域の吸光度が小さく、かつアルカリ洗浄前後における吸光度の変化がほとんどないので、繰り返し使用することができる。また、本発明の容器を用いれば、紫外線の波長領域での光学的分析を精度よくかつ繰り返し行うことができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 繰り返し使用しても紫外線の波長領域において測定精度のよい容器及びそれを用いた光学的分析方法を提供すること。

【解決手段】 波長 240～400 nm の光線を用いて、測定対象物質の光学的分析を行うための脂環式構造含有重合体樹脂製の容器であって、測定対象物質との接触面の表面粗さ R_a が $1\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする容器。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-180584
受付番号	50200901904
書類名	特許願
担当官	第一担当上席 0090
作成日	平成14年 6月21日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 6月20日
-------	-------------

次頁無

特願 2002-180584

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000229117]

1. 変更年月日

1990年 8月22日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

氏 名

日本ゼオン株式会社